



日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

2000年 3月28日

出願番号

Application Number:

特願2000-089015

出願人

Applicant (s):

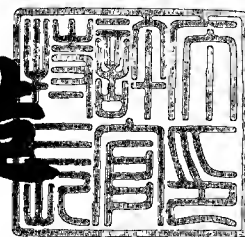
川崎製鉄株式会社

RECEIVED  
JUN 28 2001  
TECHNOLOGY CENTER 1700

2001年 3月23日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3023624

【書類名】 特許願

【整理番号】 00J00032

【提出日】 平成12年 3月28日

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【国際特許分類】 B22F 1/00  
B22F 3/02

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製鉄株式会社  
技術研究所内

    【氏名】 尾崎 由紀子

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製鉄株式会社  
技術研究所内

    【氏名】 上ノ菌 聡

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製鉄株式会社  
技術研究所内

    【氏名】 宇波 繁

【特許出願人】

    【識別番号】 000001258

    【氏名又は名称】 川崎製鉄株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100099531

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 小林 英一

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 018175

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】	明細書	1
【物件名】	要約書	1
【プルーフの要否】	要	

【書類名】 明細書

【発明の名称】 温間金型潤滑用潤滑剤および高密度鉄基粉末成形体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉末を金型で加圧成形する際に予熱された金型表面に帯電付着させて使用する温間金型潤滑用潤滑剤であって、所定の加圧成形の温度より高い融点を有する2種以上の潤滑剤の混合粉であることを特徴とする温間金型潤滑用潤滑剤。

【請求項2】 前記所定の加圧成形の温度より高い融点を有する2種以上の潤滑剤が、金属石鹸、アミド系ワックス、ポリアミド、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメタクリル酸アクリレートのうちから選ばれる2種以上であることを特徴とする請求項1に記載の温間金型潤滑用潤滑剤。

【請求項3】 予熱された金型に、加熱された鉄基粉末混合粉を充填したのち、所定の温度で加圧成形する鉄基粉末成形体の製造方法において、前記金型を、表面に温間金型潤滑用潤滑剤が帯電付着した金型とし、前記温間金型潤滑用潤滑剤として、前記所定の加圧成形の温度より高い融点を有する2種以上の潤滑剤の混合粉を用いることを特徴とする高密度鉄基粉末成形体の製造方法。

【請求項4】 前記所定の加圧成形の温度より高い融点を有する2種以上の潤滑剤が、金属石鹸、アミド系ワックス、ポリアミド、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメタクリル酸アクリレートのうちから選ばれる2種以上であることを特徴とする請求項3に記載の高密度鉄基粉末成形体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、粉末冶金用鉄基粉末成形体の製造方法に係り、とくに、温間成形により高密度の鉄基粉末成形体を製造する際に使用する温間金型潤滑用潤滑剤の改善に関する。

【0002】

【従来技術】

一般的に、粉末冶金用鉄基粉末成形体は、鉄基粉末に、銅粉、黒鉛粉などの合

金粉末と、さらにステアリン酸亜鉛、ステアリン酸鉛等の潤滑剤を混合した鉄基粉末混合粉を金型に充填したのち、加圧成形し製造される。成形体の密度としては、 $6.6 \sim 7.1 \text{Mg/m}^3$ が一般的である。

#### 【 0 0 0 3 】

これら鉄基粉末成形体は、さらに焼結処理を施され焼結体とされ、さらに必要に応じてサイジングや切削加工が施され、粉末冶金製品とされる。また、さらに高強度が必要な場合は焼結後に浸炭熱処理や光輝熱処理を施されることもある。

この粉末冶金技術により、高寸法精度の複雑な形状の部品を多くの切削工数を経なくても殆ど最終形状に近い形状（ニアネット形状）に一度で成形して生産することが可能となり、従来の製造方法に比べ切削コストの大幅な低減が可能になった。このようなことから、日本では、鉄系の粉末冶金製品は自動車部品として、1台当たり6kg強（1998年現在）使用されている。

#### 【 0 0 0 4 】

さらに、最近では、切削加工の省略によるコスト削減を目的とした一層の高寸法精度化や、部品の小型軽量化を目的とした高強度化が鉄系の粉末冶金製品へ強く要求されている。

粉末冶金製品（焼結部品）の高強度化に対しては、成形体の高密度化による焼結部品の高密度化が有効である。焼結部品の密度が高いほど、部品中の空孔が減少し、引張強さ、衝撃値や疲労強度などの機械的特性が向上する。

#### 【 0 0 0 5 】

鉄基粉末成形体の高密度化を可能にする成形方法として、鉄基粉末混合粉を通常の成形と焼結を施したのち、さらに成形・焼結を繰り返して行う2回成形2回焼結法や、1回成形1回焼結後熱間で鍛造する焼結鍛造法などが提案されている。

また、例えば、特開平2-156002号公報、特公平7-103404号公報、USP 第5,256,185号公報、USP 第5,368,630号公報には、金属粉末を加熱しつつ成形する温間成形技術が開示されている。この温間成形技術は、温間成形時に潤滑剤の一部または全部を溶融させて粉末粒子間に潤滑剤を均一に分散させ、粒子間および成形体と金型の間の摩擦抵抗を下げ成形性を向上させようとするものであり、上記し

た高密度成形体の製造方法のなかではコスト的には最も有利であると考えられている。この温間成形技術によれば、Fe-4Ni-0.5Mo-1.5Cu系の部分合金化鉄粉に0.5 質量%の黒鉛、0.6 質量%の潤滑剤を配合した鉄基粉末混合粉を130 °Cで7t/cm<sup>2</sup> (686 MPa) の圧力で成形した場合、7.30Mg/m<sup>3</sup> 程度の成形体を得られる。

## 【0006】

## 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、特開平2-156002号公報、特公平7-103404号公報、USP 第5,256,185 号公報、USP 第5,368,630 号公報に記載された技術では、粉末混合物の流動性が不十分で、生産性が低下するうえ、成形体の密度にばらつきが生じ、焼結体の特性が変動するという問題があり、さらに、成形時の抜出し力が高く、成形体表面に疵が発生するとともに金型の寿命が短いなどの問題があった。

## 【0007】

さらに、これらの温間成形技術では、粒子間および成形体と金型の間の摩擦抵抗を下げ成形性を向上させる目的で、鉄基粉末混合粉中に潤滑剤を含有させるが、潤滑剤は、温間成形時にその一部又は全部が溶融して成形体表面付近に押し出され、その後の焼結処理により、加熱分解あるいは蒸発して成形体から逸散し、焼結体表面付近に粗大な空孔を形成する。そのため、焼結体の機械的強度を低下させるという問題があった。

## 【0008】

この問題を解決するために、特開平8-100203号公報には常温または温間成形において、帯電させた潤滑剤粉末を金型表面に塗布して、鉄基粉末混合物中の潤滑剤量を低減し、高密度の成形体を成形する技術が開示されている。しかしながら、この方法では、塗布する潤滑剤の種類が単体であるため、その融点前後で潤滑剤の形態が変わり、潤滑機能が著しく変化する。このため、成形温度範囲が潤滑剤の融点によって限定されるという問題があった。さらに金型潤滑剤を金型表面に塗布し鉄基粉末混合粉中の潤滑剤量を低減したとしても、混合する潤滑剤の成分によっては量の低減によって潤滑効果を失い、圧粉密度の増大が実現できないという問題も生じている。

## 【0009】

また、現在市販されている金型潤滑用の潤滑剤は、室温での使用を前提としている。そのため、これら市販の金型潤滑用潤滑剤を、予熱された金型に帯電付着させたとしても、潤滑剤が金型表面で完全に溶融して、均一に付着できなかったり、また加圧成形中に移動しやすく、成形体と金型表面が直接接触し、拔出し力が大きくなるという問題があった。

#### 【 0 0 1 0 】

また、自動車用部品の高強度化という観点と、コストという観点からは、更なる高密度の成形体を、しかも 1 回の成形で得ることのできる、高密度鉄基粉末成形体の製造方法の開発が望まれていた。

本発明は、上記した従来技術の問題を有利に解決し、例えば、Fe-4Ni-0.5Mo-1.5Cu組成の部分合金化鉄粉に0.5 質量%の黒鉛粉を混合した鉄基粉末混合粉を、130℃で $7\text{ t/cm}^2$  (686 MPa) の圧力で温間加圧成形した場合には $7.40\text{ Mg/m}^3$  以上の、高密度の成形体を 1 回の成形で得ることができる、高密度鉄基粉末成形体の製造方法を提案することを目的とする。

#### 【 0 0 1 1 】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、温間成形技術および金型潤滑成形技術を利用して上記した課題を達成するために、金型潤滑用潤滑剤の配合について鋭意検討を行った。その結果、拔出し力を低減させるため、予熱した金型表面に帯電付着させることのできる金型潤滑用潤滑剤として、所定の加圧成形の温度より高い融点を有する潤滑剤を 2 種以上配合して混合した混合物（潤滑剤）とするのがよいという知見を得た。

#### 【 0 0 1 2 】

本発明は、上記した知見に基づき、さらに検討して完成されたものである。

すなわち、第 1 の本発明は、粉末を金型で加圧成形する際に予熱された金型表面に帯電付着させて使用する温間金型潤滑用潤滑剤であって、所定の加圧成形の温度より高い融点を有する 2 種以上の潤滑剤の混合粉であることを特徴とする温間金型潤滑用潤滑剤であり、また第 1 の本発明では、前記所定の加圧成形の温度より高い融点を有する 2 種以上の潤滑剤を、金属石鹸、アミド系ワックス、ポリ

アミド、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメタクリル酸アクリレートのうちから選ばれる2種以上とするのが好ましい。

【0013】

また、第2の本発明は、予熱された金型に、加熱された鉄基粉末混合粉を充填したのち、所定の温度で加圧成形する鉄基粉末成形体の製造方法において、前記金型を、表面に温間金型潤滑用潤滑剤が帯電付着した金型とし、前記温間金型潤滑用潤滑剤として、前記所定の加圧成形の温度より高い融点を有する2種以上の潤滑剤の混合粉を用いることを特徴とする高密度鉄基粉末成形体の製造方法であり、また、第2の本発明は、前記所定の加圧成形の温度より高い融点を有する2種以上の潤滑剤を、金属石鹸、アミド系ワックス、ポリアミド、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメタクリル酸アクリレートのうちから選ばれる2種以上とするのが好ましい。

【0014】

本発明によれば、一回の加圧成形で高密度の成形体を得ることができる。

【0015】

【発明の実施の形態】

本発明では、予熱された金型に、加熱された鉄基粉末混合粉を充填したのち、所定の温度（70～200℃）で加圧成形し、鉄基粉末成形体とする。

本発明では、成形に用いる金型は、予め所定の温度に予熱される。金型の予熱温度は、鉄基粉末混合粉が所定の加圧成形の温度に保持できる温度であればよく、とくに限定する必要はないが、所定の加圧成形の温度より20～60℃高い温度とするのが望ましい。

【0016】

予熱された金型に、帯電された金型潤滑用潤滑剤を導入し、金型表面に帯電付着させる。金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）は金型潤滑装置（例えば、Gasbarre社製Die Wall Lubricant System）に装入し、潤滑剤（固体）粉末と装置内壁の接触帯電により帯電されるのが好ましい。帯電された金型潤滑用潤滑剤は、予熱された金型上部で噴霧され、金型に導入され金型表面に帯電付着される。金型表面に付着した潤滑剤（金型潤滑用潤滑剤）は、鉄基粉末成形時に、金型表面（壁面



）と粉体との摩擦抵抗を低減し、成形圧力が金型表面（壁面）に逃げる「圧損」を低減し、粉体に圧力を有効に伝えることができる。このため、成形体の密度が向上し、さらに、成形体を型から抜き出す際の抜き出し力を低下させる。このような潤滑剤の効果を有効に発揮するためには、潤滑剤粉末が金型表面に均一に付着しなければならない。金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）を金型表面に均一に付着させるためには帯電付着させるのが好ましい。

【 0 0 1 7 】

金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）が、金型表面に確実に付着するためには、金型潤滑装置内の帯電装置内で確実に電荷を獲得する必要がある。このためには、金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）の比表面積が小さいこと、すなわち、粒径が小さいことが望ましい。本発明では、金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）の粒径は金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）の90%以上が50  $\mu$  m以下であるものが好適である。これを超えると、帯電が不十分となるうえ、金型に付着した後、自重で落下し金型表面への付着が不十分となる。

【 0 0 1 8 】

また、本発明では、金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）として、異なる潤滑剤粉末を混合して使用する。異種の潤滑剤粉末を混合することにより、金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）が金型潤滑装置（帯電装置）内で帯電するのみならず、異種粉末同士が金型潤滑装置（帯電装置）内で接触することにより接触帯電する。これにより、1種の潤滑剤を使用する場合よりも粉体全体の帯電量が大きく、したがって、金型表面への潤滑剤粉末の付着が確実となる。本発明では、温間金型潤滑用潤滑剤（固体粉末）として、所定の加圧成形の温度より高い融点を有する潤滑剤を異種、すなわち2種以上混合し、混合粉としたものを使用する。なお、本発明でいう所定の加圧成形の温度は、加圧成形時の金型表面での温度をいうものとする。

【 0 0 1 9 】

温間金型潤滑用潤滑剤が、所定の加圧成形の温度より高い融点を有する潤滑剤とすることにより、金型表面で潤滑剤が溶融せず固体粉末として存在するため、金型表面での潤滑作用が維持され、成形体の密度が向上し、また、抜き出し力の低

下は生じない。一方、温間金型潤滑用潤滑剤が、所定の加圧成形の温度より低い融点を有する潤滑剤とすると、金型表面で潤滑剤が溶融し、液状に広がるため、均一付着という点では有利であるが、金型壁面から流出したり、流出しないまでも、鉄基粉末混合粉成形時に、毛細管現象により粉末内部に吸引され、金型表面に残存する潤滑剤が少なくなるという問題がある。このため、金型表面での潤滑作用が低下し拔出し力が高くなる。

#### 【 0 0 2 0 】

また、所定の加圧成形の温度より高い融点を有する潤滑剤は、成形時、金型内で未溶融であり金型内で「ころ」のような固体潤滑剤の働きをし、拔出し力を低下させる効果もある。

加圧成形の温度より高い融点を有する潤滑剤（固体粉末）としては、金属石鹼、アミド系ワックス、ポリアミド、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメタクリル酸アクリレートのうちから選ばれる2種以上の粉末とする。これら2種以上の潤滑剤（粉末）を混合し混合物として、温間金型潤滑用潤滑剤として使用する。

#### 【 0 0 2 1 】

金属石鹼としては、ステアリン酸リチウム、ラウリン酸リチウム、ヒドロキシステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム等が好ましい。

アミド系ワックスとしては、エチレンビスステアロアミド（融点148℃）、さらにアルキル鎖の長いエチレンビスアルキルアミド（たとえば、共栄社化学製：ライトアミドWH215（融点215℃）、共栄社化学製：ライトアミドWH255（融点255℃））等が好ましい。

#### 【 0 0 2 2 】

ポリアミドとしては、融点210～270℃のポリアミド（ナイロン）が好ましい。

金型表面に帯電付着する金型潤滑用潤滑剤の付着量は、 $0.5 \sim 10 \text{ mg/cm}^2$  とするのが好ましい。付着量が $0.5 \text{ mg/cm}^2$  未満では潤滑効果が不足し、成形後の拔出し力が高くなり、一方、付着量が $10 \text{ mg/cm}^2$  を超えると、成形体表面に潤滑剤が残存し、成形体の外観不良となる。

## 【 0 0 2 3 】

温間金型潤滑用潤滑剤を帯電付着された金型に、ついで、加熱された鉄基粉末混合粉を装入し、加圧成形し、鉄基粉末成形体とする。

鉄基粉末混合粉の加熱温度は、70～200℃とするのが好ましい。加熱温度が70℃未満では、鉄粉の降伏応力が高く、成形体の密度が低下する。一方、加熱温度が200℃を超えても実質的に密度の増加はなく、鉄粉の酸化の懸念が生じるため、鉄基粉末混合粉の加熱温度は、70～200℃の範囲とするのが望ましい。

## 【 0 0 2 4 】

鉄基粉末混合粉は、鉄基粉末に潤滑剤（粉末成形用潤滑剤）あるいはさらに合金用粉末を混合したものである。

本発明における鉄基粉末は、アトマイズ鉄粉または還元鉄粉などの純鉄粉、または部分合金化鋼粉、完全合金化鋼粉、またはこれらの混合粉が好ましい。

また、鉄基粉末と粉末成形用潤滑剤あるいはさらに合金用粉末との混合方法は、とくに限定する必要はなく、通常公知の混合方法がいずれも好適に利用できる。なかでも、鉄基粉末に合金用粉末を混合する場合には、含有粉末の偏析を避けるため、鉄基粉末、合金用粉末に粉末成形用潤滑剤の1部を加えて1次混合したのち、さらに粉末成形用前記潤滑剤のうち少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌して、前記粉末成形用潤滑剤のうち少なくとも1種の潤滑剤を溶融し、溶融後の混合物を攪拌しながら冷却し、前記鉄基粉末表面に溶融した潤滑剤を固着させることによって前記合金用粉末を付着させた後、粉末成形用潤滑剤の残部を加えて2次混合する混合方法が好ましい。

## 【 0 0 2 5 】

鉄基粉末混合粉に含まれる粉末成形用潤滑剤の含有量は、鉄基粉末混合粉全体に対し0.05～0.40質量%とするのが好ましい。粉末成形用潤滑剤の含有量が0.05質量%未満では、鉄基粉末混合粉の流動性が悪く金型表面へ均一に充填されないため、成形体の密度が低下する。一方、粉末成形用潤滑剤含有量が0.40質量%を超えると、焼結後気孔率が高くなり成形体密度が低下する。

## 【 0 0 2 6 】

本発明は、鉄基粉末混合粉に含まれる粉末成形用潤滑剤は、所定の加圧成形の

温度より高い融点をもつ1種または2種以上の潤滑剤としても、所定の加圧成形の温度以下の低い融点をもつ潤滑剤と所定の加圧成形の温度より高い融点をもつ潤滑剤とからなる混合潤滑剤としても、また、所定の加圧成形の温度以下の低い融点をもつ1種または2種以上の潤滑剤としてもいずれも好適であるが、なかでも、所定の加圧成形の温度以下の低い融点をもつ潤滑剤と所定の加圧成形の温度より高い融点をもつ潤滑剤とからなる混合潤滑剤とするのがより好ましい。

【0027】

なお、所定の加圧成形の温度以下の低い融点をもつ潤滑剤と所定の加圧成形の温度より高い融点をもつ潤滑剤とからなる混合潤滑剤とする場合には、所定の加圧成形の温度以下の低い融点をもつ潤滑剤の含有量は、含まれる粉末成形用潤滑剤全量の10～75質量%とし、残部の25～90質量%を所定の加圧成形の温度より高い融点とからなる潤滑剤とするのがより好ましい。所定の加圧成形の温度以下の低い融点をもつ潤滑剤は、加圧成形時に溶融し、粉末粒子間に毛細管力により浸透して、粉末粒子内部に均等に分散し、粒子相互の接触抵抗を低減し、粒子再配列を促進して成形体の高密度化を促進する効果を有する。所定の加圧成形の温度以下の低い融点をもつ潤滑剤の含有量が、10質量%未満では、粉末粒子内部に潤滑剤が均等に分散せず、成形体密度が低下する。また、75質量%を超えると、成形体の密度が増加するにしたがい、溶融した潤滑剤が成形体表面へ絞り出され、表面に、潤滑剤の逃げ道が形成され、成形体表面に多数の粗大な空孔が形成されて、焼結部材の強度低下を招く。

【0028】

鉄基粉末混合粉に含まれる、所定の加圧成形の温度より高い融点をもつ潤滑剤は、成形時、固体として存在し、溶融した潤滑剤がはじかれる鉄基粉末粒子表面の凸部において「ころ」として作用して、粒子の再配列を促進し、成形体の密度を増加させる効果を有する。

鉄基粉末混合物に含まれる粉末成形用潤滑剤のうち、所定の加圧成形の温度より高い融点をもつ潤滑剤としては、金属石鹼、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機または有機潤滑剤のうちから選ばれた1種または2種以上とするのが好ましい。所定の加圧成形の温度に応じ、下記した潤滑

剤から適宜選択できる。

【0029】

金属石鹼としては、ステアリン酸リチウム、ヒドロキシステアリン酸リチウム等が好ましい。また、熱可塑性樹脂としては、ポリスチレン、ポリアミド、フッ素樹脂等が好適である。熱可塑性エラストマーとしては、ポリスチレン系エラストマー、ポリアミド系エラストマー等が好適である。また、層状の結晶構造を有する無機潤滑剤としては、黒鉛、 $\text{MoS}_2$ 、フッ化炭素のいずれでも良く、粒度は細かいほど、抜き出し力の低減に有効である。層状の結晶構造を有する有機潤滑剤としては、メラミン-シアヌル酸付加物（MCA）、N-アルキルアスパラギン酸- $\beta$ -アルキルエステルのいずれも使用することができる。

【0030】

鉄基粉末混合粉に含まれる粉末成形用潤滑剤のうち、所定の加圧成形の温度以下の低い融点をもつ潤滑剤としては、金属石鹼、アミド系ワックス、ポリエチレンおよびこれらのうちの少なくとも2種以上の共溶融物のうちから選ばれた1種または2種以上とするのが好ましい。所定の加圧成形の温度に応じ、下記した潤滑剤から適宜選択できる。

【0031】

金属石鹼としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム等が好ましい。また、アミド系ワックスとしては、エチレンビスステアロアミド、ステアリン酸モノアミド等が好適である。共溶融物としては、エチレンビスステアロアミドとポリエチレンの共溶融物、エチレンビスステアロアミドとステアリン酸亜鉛の共溶融物、エチレンビスステアロアミドとステアリン酸カルシウムの共溶融物等が好適である。また、成形温度によっては、これらの潤滑剤の一部を加圧成形温度より高い融点をもつ潤滑剤として使用することもできる。

【0032】

鉄基粉末混合粉に合金用粉末として含まれる黒鉛は、焼結体を強化する効果を有する。黒鉛の含有量が少ないと焼結体強化の効果が充分でなく、一方、多すぎると初析セメントが析出して強度が低下する。このようなことから、鉄基粉末混合粉中に含有される黒鉛は、鉄基粉末混合粉全量に対し、0.1～2.0 質量%

とするのが好ましい。

【0033】

【実施例】

鉄基粉末として、Fe-4Ni-0.5Mo-1.5Cu組成の部分合金化鋼粉を用いた。この部分合金化鋼粉に、黒鉛粉、粉末成形用潤滑剤を高速ミキサーによる加熱混合法により混合し、鉄基粉末混合粉とした。なお、黒鉛粉の添加量は、鉄基粉末混合粉の全量に対し、0.5 質量%とした。また、粉末成形用潤滑剤は、表1に示す種類および添加量（鉄基粉末混合粉の全量に対する）とした。

【0034】

まず、加圧成形用の金型を表1に示す温度に予熱し、金型潤滑装置（Gasbarre社製）を用いて帯電させた温間金型潤滑用潤滑剤を金型内に噴霧導入し、金型表面に帯電付着させた。なお、温間金型潤滑用潤滑剤は、表2に示す各種潤滑剤から、加圧成形温度以上の融点を有する潤滑剤を2種以上混合したものを使用した。なお、比較例として、加圧成形温度未満の融点を有する潤滑剤を1種以上含む場合、あるいは加圧成形温度より高い融点を有する潤滑剤を1種のみとした場合を比較例とした。なお、金型表面の温度を測定し、加圧成形の温度とした。

【0035】

ついで、このように処理された金型に、加熱した鉄基粉末混合粉を充填したのち、加圧成形し、10×10×55mmの直方体の成形体とした。なお、加圧力は、 $7\text{t/cm}^2$  (686 MPa) とした。また、加圧成形条件を表1に示す。また、鉄基粉末混合粉に含まれる粉末成形用潤滑剤は、表2に示す各種潤滑剤から選択し、表1に示す加圧成形温度より高い融点をもつ潤滑剤、あるいは表1に示すように、加圧成形温度以下の低い融点をもつ潤滑剤と、加圧成形温度より高い融点をもつ潤滑剤とを混合したもの、とした。

【0036】

なお、従来例として、金型潤滑用潤滑剤を塗布しない金型に、加熱した鉄基粉末混合粉を充填し、加圧成形し、同様の直方体の成形体とした例を従来例とした（成形体No.26）。

成形後、成形体を抜き出す時の抜出し力を測定した。

また、これら成形体について、アルキメデス法で密度を測定した。なお、アルキメデス法とは、被測定物である成形体を水中に浸漬して体積を測定することにより密度を測定する方法である。

【0037】

さらに、これら成形体の外観を目視で観察し、疵、割れ等の欠陥の有無を調査した。

また、これら成形体を中央部で切断し、樹脂に埋め込んで研磨し、断面における空孔の有無を光学顕微鏡で観察した。

拔出し力、成形体密度、成形体の外観および成形体断面の性状についての結果を表1に示す。

【0038】

【表1】

【表1-1】

成形体 No	金型潤滑用潤滑剤				鉄基粉末混合粉中粉体成形用潤滑剤				加圧成形条件			成形体			備考		
	加圧成形温度より 高い融点の潤滑剤		加圧成形温度以下の 低い融点の潤滑剤		潤滑 剤含有 量** 質量 %	加圧成形温度より 高い融点の潤滑剤		加圧成形温度以下の 低い融点の潤滑剤		金型 予熱 温度 ℃	鉄基粉 末混合 粉加熱 温度 ℃	加圧 成形 温度 ℃	抜出 し力 MPa	密度 Mg/m³		外観 断面 組織	
						含有 比率 * 質量 %	種類（融点）	含有 比率 * 質量 %	種類（融点）								
1	50 50	A1(150℃) A3(230℃)	—	—	0.4	C1(148℃):0.4	100	—	—	150	130	130	17	7.40	良	良	本発明例
2	25 75	A1(150℃) A4(216℃)	—	—	0.3	C1(148℃):0.3	100	—	—	150	130	130	18	7.42	良	良	本発明例
3	25 75	A4(216℃) A3(230℃)	—	—	0.3	H1(約140℃):0.3	100	—	—	150	130	130	18	7.42	良	良	本発明例
4	50 50	A3(230℃) C1(148℃)	—	—	0.05	C1(148℃):0.05	100	—	—	150	130	130	19	7.47	良	良	本発明例
5	50 50	A3(230℃) D2(280℃)	—	—	0.1	C1(148℃):0.1	100	—	—	150	130	130	16	7.46	良	良	本発明例
6	25 75	A4(216℃) B1(144℃)	—	—	0.2	C1(148℃):0.2	100	—	—	150	130	130	18	7.43	良	良	本発明例
7	80 20	A3(230℃) E1(153℃)	—	—	0.3	H2(約135℃):0.3	100	—	—	150	130	130	11	7.40	良	良	本発明例
8	50 50	A3(230℃) F1(融解せず)	—	—	0.3	H3(約149℃):0.3	100	—	—	150	130	130	11	7.41	良	良	本発明例
9	30 70	C1(148℃) C2(215℃)	—	—	0.2	C1(148℃):0.2	100	—	—	150	130	130	14	7.43	良	良	本発明例
10	25 75	C1(148℃) C3(255℃)	—	—	0.25	C1(148℃):0.25	100	—	—	150	130	130	11	7.42	良	良	本発明例

\*)潤滑剤全量に対する含有比率  
\*\*)鉄基粉末混合粉中の潤滑剤総含有量  
\*\*\*)鉄基粉末混合粉中の含有量  
潤滑剤の符号は表2参照



【 0 0 3 9 】

【 表 2 】

【表1-2】

成形体 No	金型潤滑用潤滑剤				鉄基粉末混合粉中粉体成形用潤滑剤						加圧成形条件			成形体			備考
	加圧成形温度より 高い融点の潤滑剤		加圧成形温度以下の 低い融点の潤滑剤		潤滑 剤含 有量 ％	加圧成形温度より 高い融点の潤滑剤		加圧成形温度以下の 低い融点の潤滑剤		金型 予熱 温度 ℃	鉄基粉 末混合 粉加熱 温度 ℃	加圧 成形 温度 ℃	抜出 し力 MPa	密度 kg/m <sup>3</sup>	外観	断面 組織	
	含有 比率 ＊ 質量 ％	種類（融点）	含有 比率 ＊ 質量 ％	種類（融点）		含有 比率 ＊ 質量 ％	含有 比率 ＊ 質量 ％										
11	30 70	C2 { 215 ℃ } C3 { 255 ℃ }	－	－	0.3	A4(216℃):0.3	100	－	－	150	130	130	12	7.41	良	良	本発明例
12	25 25 50	C1 { 148 ℃ } C2 { 215 ℃ } C3 { 255 ℃ }	－	－	0.2	C2(215℃):0.1 C3(255℃):0.1	50 50	－	－	150	130	130	14	7.42	良	良	本発明例
13	25 75	C1 { 148 ℃ } D1 { 220 ℃ }	－	－	0.4	A3(230℃):0.3	75	A2(127℃):0.1	25	150	130	130	12	7.40	良	良	本発明例
14	70 30	C2 { 220 ℃ } B1 { 144 ℃ }	－	－	0.05	E1(152℃):0.05	100	－	－	150	130	130	15	7.47	良	良	本発明例
15	70 30	C2 { 220 ℃ } E1 { 153 ℃ }	－	－	0.2	C1(148℃):0.2	100	－	－	150	130	130	13	7.42	良	良	本発明例
16	25 75	C1 { 148 ℃ } F1 { 融解 せず }	－	－	0.4	C1(148℃):0.4	100	－	－	150	130	130	13	7.40	良	良	本発明例
17	50 50	D1 { 220 ℃ } D2 { 260 ℃ }	－	－	0.2	C1(148℃):0.2	100	－	－	150	130	130	18	7.43	良	良	本発明例
18	70 30	D2 { 260 ℃ } D3 { 215 ℃ }	－	－	0.1	F1（融解せず）:0.1	100	－	－	150	130	130	13	7.40	良	良	本発明例
19	60 40	D3 { 215 ℃ } E1 { 153 ℃ }	－	－	0.4	C3(255℃):0.2	50	A2(127℃):0.1 C1(148℃):0.1	25 25	180	150	150	17	7.42	良	良	本発明例
20	55 45	D3 { 215 ℃ } B1 { 144 ℃ }	－	－	0.35	C1(148℃):0.2 A1(150℃):0.1	50 25	A2(127℃):0.1	25	150	130	130	17	7.41	良	良	本発明例

\*) 潤滑剤全量に対する含有比率

\*\*) 鉄基粉末混合粉中の潤滑剤総含有量

\*\*\*) 鉄基粉末混合粉中の含有量

潤滑剤の符号は表2参照

【0040】

【表3】

【表 1-3】

成形体 No	金型潤滑用潤滑剤				鉄基粉末混合粉中粉体成形用潤滑剤				加工成形条件				成形体			備 考	
	加工成形温度より 高い融点の潤滑剤		加工成形温度以下の 低い融点の潤滑剤		潤滑 剤含有 率 質量 %	加工成形温度より 高い融点の潤滑剤		加工成形温度以下の 低い融点の潤滑剤		金型 予熱 温度 ℃	鉄基粉 末混合 粉加熱 温度 ℃	加工 成形 温度 ℃	抜出 し力 MPa	密度 Mg/m <sup>3</sup>	外観		断面 組織
	含有 比率 質量 %	種類 (融点)	含有 比率 質量 %	種類 (融点)	種類 (融点) : 含有 率 質量 %	含有 比率 質量 %	種類 (融点) : 含有 率 質量 %	含有 比率 質量 %									
21	60 40	D3( 215 ℃) F1( 融解せず)	-	-	0.25	A1(150℃):0.25	100	-	-	150	130	130	16	7.42	良	良	本発明例
22	50 50	B1( 144 ℃) E1( 153 ℃)	-	-	0.2	D1(225℃):0.2	100	-	-	150	130	130	16	7.42	良	良	本発明例
23	50 50	B1( 144 ℃) F1( 融解せず)	-	-	0.4	D2(268℃):0.4	100	-	-	150	130	130	14	7.40	良	良	本発明例
24	30 70	E1( 153 ℃) F1( 融解せず)	-	-	0.05	D3(215℃):0.05	100	-	-	150	130	130	17	7.46	良	良	本発明例
25	30 30 40	A3( 230 ℃) C1( 148 ℃) B1( 144 ℃)	-	-	0.20	C1(148℃):0.20	100	-	-	150	130	130	16	7.43	良	良	本発明例
26	-	-	-	-	0.4	C1(148℃):0.4	100	-	-	150	130	130	35	7.31	疵		従来例
27	50	C3( 255 ℃)	50	A2( 127 ℃)	0.4	C1(148℃):0.4	100	-	-	150	130	130	28	7.35	良	良	比較例
28	100	C3( 255 ℃)	-	-	0.4	C1(148℃):0.4	100	-	-	150	130	130	25	7.33	良	良	比較例
29	-	-	100	A2( 127 ℃)	0.4	C1(148℃):0.4	100	-	-	150	130	130	31	7.3	良	良	比較例

\*)潤滑剤全量に対する含有比率

\*\*)鉄基粉末混合粉中の潤滑剤総含有量

\*\*\*鉄基粉末混合粉中の含有量

潤滑剤の符号は表 2 参照

【0041】

【表4】

【表2】

符号	潤滑剤種類		符号	潤滑剤種類	
A1	ステアリン酸Ca	金属石鹼	C1	エチレンステアロアミド	アミド系ワックス
A2	ステアリン酸Zn		C2	ライトアミドWI215	
A3	ステアリン酸Li		C3	ライトアミドWI255	
A4	ヒドロキシステアリン酸Li		D1	ポリアミド6	ポリアミド
B1	直鎖状低密度ポリエチレン	熱可塑性樹脂	D2	ポリアミド66	
E1	ポリプロピレン		D3	ポリアミド610	
F1	ポリメタクリル酸アクリレート				
G1	ポリスチレン		I1	ポリスチレン系エラストマー	熱可塑性エラストマー
G2	ポリテトラフルオロエチレン		I2	ポリアミド系エラストマー	
			J1	黒鉛	層状無機潤滑剤
H1	エチレンステアロアミド と ポリエチレンの共融混合物	共融混合物	J2	MoS <sub>2</sub>	
H2	エチレンステアロアミド と ステアリン酸Zn の共融混合物		J3	フッ化炭素	
H3	エチレンステアロアミド と ステアリン酸Ca の共融混合物		K1	マリン-シアマル 酸付加物 (MCA)	層状有機潤滑剤
			K2	N-アルキルアスパギン酸-β-7ルキルエステル	

【0042】

本発明例は、いずれも成形後の抜出し力が20MPa 以下と低く、さらに7.40Mg/m<sup>3</sup> 以上の高密度を有する成形体となっている。さらに、成形体には加熱による表面酸化はもとより、疵、割れ等の欠陥は認められなかった。また、成形体の断面性状は、正常で、粗大な空孔は認められなかった。

金型潤滑を施さない従来例（成形体No.26）は、著しく抜出力が増大し、成形体密度が低下し、成形体表面に疵が認められた。

【0043】

本発明の範囲を外れる比較例は、拔出し力が20MPa を超えて高いか、密度が7.35Mg/m<sup>3</sup> 以下と低い、あるいは成形体の表面に疵があるか、あるいは成形体断面の表面付近に粗大な空孔が観察された。

また、温間金型潤滑剤の少なくとも1種の融点が、加圧成形温度以下の場合（成形体No.27）、あるいは、温間金型潤滑剤が、加圧成形温度よりも高い融点を持つ1種のみである場合（成形体No.28）あるいは、加圧成形温度よりも低い融点を持つ1種のみである場合（成形体No.29）は、成形体密度が低く、拔出し力が高くなる。

#### 【0044】

本発明によれば、外観性状、断面性状いずれも良好である、高密度の成形体を拔出し力が低く成形できるという効果がある。

#### 【0045】

##### 【発明の効果】

本発明によれば、外観性状、断面性状いずれも良好である、高密度の成形体を1回の成形で容易に製造でき、しかも成形後の拔出し力が低く、金型を長寿命化することができ、さらに高密度の焼結体が容易に得られるという産業上格段の効果奏する。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高密度鉄基粉末成形体の製造方法を提案する。

【解決手段】 金型を予熱し、所定の加圧成形の温度より高い融点を有する２種以上の潤滑剤を混合した温間金型潤滑用潤滑剤を金型上部で噴霧して金型に導入し、金型表面に帯電付着させる。このような予熱され、潤滑剤が帯電付着した金型に、潤滑剤を含む鉄基粉末混合粉を加熱して充填し加圧成形する。所定の加圧成形の温度より高い融点を有する２種以上の潤滑剤としては、金属石鹼、アミド系ワックス、ポリアミド、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメタクリル酸アクリレートのうちから選ばれる２種以上とするのが好ましい。本発明によれば、一回の加圧成形で高密度の成形体を得ることができる。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001258]

1. 変更年月日 1990年 8月13日

[変更理由] 新規登録

住 所 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

氏 名 川崎製鉄株式会社